

# MANUFACTURE OF ORGANIC ELECTROLUMINESCENT ELEMENT AND ITS DEVICE

Publication number: JP8111285

Publication date: 1996-04-30

Inventor: ARAI MICHIO; NAKATANI KENJI; NANBA NORIYOSHI

Applicant: TDK CORP

Classification:

- international: *H05B33/04; C23C14/56; H01L51/50; H05B33/10; H05B33/12; H05B33/14; H05B33/04; C23C14/56; H01L51/50; H05B33/10; H05B33/12; H05B33/14; (IPC1-7): H05B33/10; C23C14/56; H05B33/04; H05B33/14*

- European:

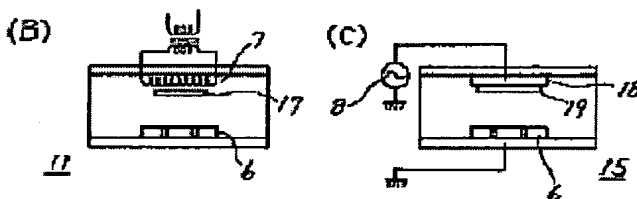
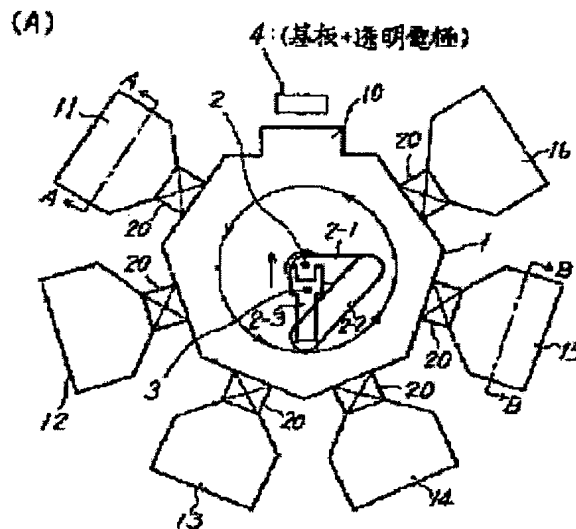
Application number: JP19940244244 19941007

Priority number(s): JP19940244244 19941007

Report a data error here

## Abstract of JP8111285

**PURPOSE:** To establish a method and device for manufacturing organic EL elements through such procedures that the process after formation of a transparent electrode on a base board till formation of a protection film is conducted continuously in vacuum chambers while isolated from the outer oxidative atmosphere followed by taking-out to the outside atmosphere after formation of protection film. **CONSTITUTION:** A plurality of stratified parts of at least one portion of an organic electroluminescent element are subjected to film formation one after another in a plurality of vacuum chambers for working 11-16 which are provided around a vacuum chamber 1. The resultant is taken out upon formation of a protection film.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-111285

(43) 公開日 平成8年(1996)4月30日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

H 0 5 B 33/10

C 2 3 C 14/56

H 0 5 B 33/04

33/14

G 8939-4K

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平6-244244

(22) 出願日

平成6年(1994)10月7日

(71) 出願人

000003067

ティーディーケイ株式会社

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72) 発明者

荒井 三千男

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

(72) 発明者

中谷 賢司

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

(72) 発明者

南波 憲良

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

(74) 代理人

弁理士 山谷 皓榮 (外2名)

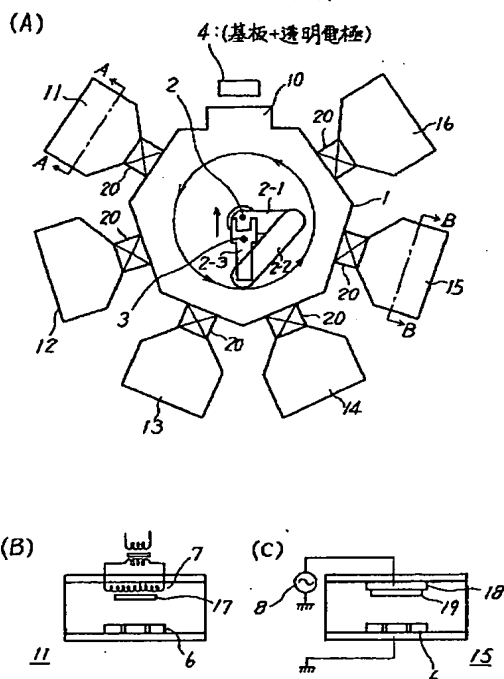
(54) 【発明の名称】 有機エレクトロルミネセンス素子の製造方法及びその装置

(57) 【要約】

【目的】 基板上に透明電極を形成した後の工程から保護膜形成の工程までを外気の酸化雰囲気から隔離して、連続して真空室に行い、保護膜形成後に外気中に出すようにした有機EL素子の製造方法及び装置を提供すること。

【構成】 有機エレクトロルミネセンス素子の少なくとも一部の、複数の層状部分を、真空槽1の周辺に形成された複数の作業用真空室11~16において順次成膜し、保護膜の形成後に外部に出すようにした。

本発明の一実施例構成図



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 有機エレクトロルミネセンス素子の少なくとも一部の複数の層状部分を、真空槽の周辺に形成された複数の作業用真空室において順次成膜し、保護膜の形成後に外部に取出すようにしたことを特徴とする有機エレクトロルミネセンス素子の製造方法。

【請求項 2】 その内部に保持搬送手段を有する真空槽と、この真空槽の周囲に、有機エレクトロルミネセンス素子を構成する層状部分を形成する複数の作業用真空室を設け、

前記作業用真空室において有機エレクトロルミネセンス素子の一層を形成したことを特徴とする有機エレクトロルミネセンス素子の製造装置。

【請求項 3】 前記真空槽内に、その先端部が各作業用真空室内に自由に移動できる可動アームを設けたことを特徴とする請求項 2 記載の有機エレクトロルミネセンス素子の製造装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は有機エレクトロルミネセンス (EL) 素子の製造方法及びその装置に係り、特に有機エレクトロルミネセンス素子の製造に際し、基板上に透明電極を形成した後の工程から保護膜形成の工程までを、外気の酸化雰囲気から隔離して連続して真空室中に行い、保護膜形成後、外気中に取出すようにしたものに關する。

## 【0002】

【従来の技術】 有機 EL 素子は、薄形の新しい発光源として注目されている。従来有機 EL 素子を製造するために、図 4 に示す如く、ガラス基板 30 上に ITO の如き透明電極 31 を蒸着又はスパッタリングにより形成してこれをバターンニングしたあと、真空室にこの透明電極 31 の形成された基板を配置して透明電極 31 の上に、正孔注入輸送層 32、発光層 33、電子注入輸送層 34、陰極 35、Si 層 36、保護膜 37 を蒸着させたり、あるいはスパッタリングにより順次形成していた。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 従って、正孔注入輸送層 32、発光層 33、電子注入輸送層 34、陰極 35、Si 層 36、保護膜 37 を形成するために、その度に真空室を常圧に戻してそれぞれの工程に適した材料を入れ、真空にしたあと蒸着あるいはスパッタリングさせることが必要であった。

【0004】 そのため、各工程の度に常圧に戻すことが必要となり酸化雰囲気露出されたり、製造時間が長くなるという欠点があった。従って本発明の目的は、前記各工程毎に一旦常圧に戻す必要のない有機 EL 素子の製造方法及びその装置を提供することである。

## 【0005】

2

【課題を解決するための手段】 前記目的を達成するため、本発明では、図 1 に示す如く、中空柱状の真空槽 1 に、基板挿入取出部 10 と、複数の作業用真空室 11 ~ 15 を円周上に配置する。そして真空槽 1 の中央部分には、ロボット 2 を設置する。ロボット 2 には、上下左右方向に伸縮回転可能に構成された例えば 3 本のアーム 2-1、2-2、2-3 が設けられ、そのアーム 2-3 の先端には保持部 3 が形成されている。

【0006】 作業用真空室 11 ~ 16 は蒸着室あるいはスパッタリング室として構成される。蒸着室は、図 1 (B) に断面が示されるように、支持基部 6、加熱部 7、蒸着源 17 等が備えられ、支持基部 6 上に、後述するように載置された有機 EL ウェーハ 4 に蒸着源からの物質が被膜される。スパッタリング室は、図 1 (C) に断面が示されるように、支持部 6 と電極 18、ターゲット 19 が用意され、電極 18 には高周波源 8 が接続される。

## 【0007】

【作用】 先ず、ガラス基板に透明電極を形成してこれをバターンニングした有機 EL ウェーハ 4 を後述する保持板に保持させたあと、これを基板挿入取出部 10 を開き、真空室 11 内のロボット 2 の保持部 3 に保持させる。このようにして有機 EL ウェーハ 4 を保持させたあと、これを真空槽 1 内に入れ、真空にする。

【0008】 それから作業用真空室 11 のゲート 20 を開き、有機 EL ウェーハ 4 をその支持部 6 に保持させて正孔注入輸送層を蒸着させる。次にロボット 2 はこの有機 EL ウェーハ 4 を作業用真空室 12 の支持部 6 に保持させ、発光層を蒸着させる。このようにして作業用真空室 13 にて電子注入輸送層を蒸着し、作業用真空室 14 にて陰極を蒸着し、作業用真空室 15 にて Si 層をスパッタリングし、作業用真空室 16 にて保護膜をスパッタリングで形成したあと、真空槽 1 を常圧に戻し、基板挿入取出部 10 から有機 EL 素子を取り出すことができる。

## 【0009】

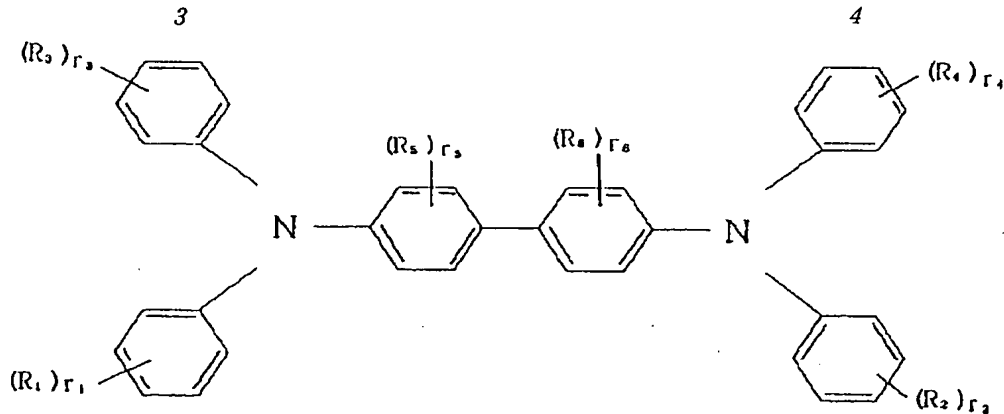
【実施例】 本発明の一実施例を図 1、図 2 及び図 4 にもとづき説明する。図 1 は本発明の一実施例構成図、図 2 は本発明の作業用真空室とロボット 2 の保持部 3 の要部説明図、図 4 は有機 EL 素子の構成を示す。

【0010】 先ず図 4 により有機 EL 素子の製法について説明する。透明電極 31 は陽極となるものであって例えば ITO 等で構成され、ガラス基板 30 上に蒸着又はスパッタリングにより成膜されたあとバターンニングされて所定の形状に整形されたもの、あるいはマスタバターンニングされて所定の形状に成膜されたものである。

【0011】 正孔注入輸送層 32 は、例えば下記化 1 で表されるテトラアリールジアミン誘導体を使用される。

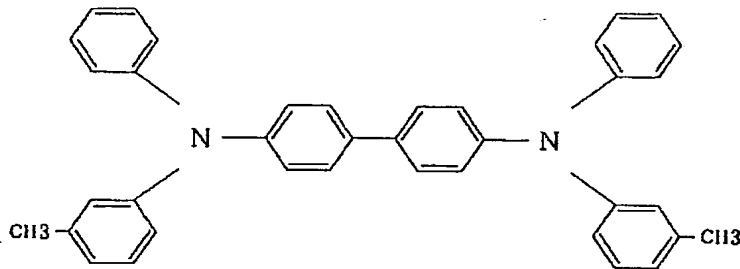
## 【0012】

## 【化 1】



【0013】〔化1において、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 及び $R_4$ はそれぞれアリール基、アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アミノ基、又はハロゲン原子を表す。 $r_1$ 、 $r_2$ 、 $r_3$ 及び $r_4$ は、それぞれ0又は1～5の整数である。 $R_5$ 及び $R_6$ は、アルキル基、アルコキシ基、アミノ基、又はハロゲン原子を表し、これらは同一でも異なるものであってもよい。 $r_5$ 及び $r_6$ は、それぞれ0又は1～4の整数である。〕

\*



【0015】この外、芳香族三級アミン、ヒドラゾン誘導体、カルバゾール誘導体、トリアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、アミノ基を有するオキサジアゾール誘導体、ポリチオフェン等が使用できる。

【0016】発光層33は、トリス（8-キノリノラト）アルミニウム等の金属錯体色素、テトラフェニルブタジェン、アントラセン、ペリレン、コロネン、12-フタロペリノン誘導体、キナクリドン、ルブレン、スチリル系色素等の有機蛍光体や、前記正孔注入輸送層32を構成する例えば化1で表されるテトラアリールジアミン誘導体と、後述する電子注入輸送層34を構成する例えばトリス（8-キノリノラト）アルミニウムとの混合物が使用される。この場合、異なる蒸着源より蒸発させる共蒸着が好ましいが、これに限定されるものではない。勿論蛍光性物質を含ませることもできる。

【0017】電子注入輸送層34は、例えばトリス（8-キノリノラト）アルミニウム等の金属錯体色素、オキサジアゾール誘導体、ペリレン誘導体、ピリジン誘導体、ピリミジン誘導体、キノリン誘導体、キノキサリン誘導体、ジフェニルキノン誘導体、ニトロ置換フルオロレン誘導体等を蒸着することにより形成される。

【0018】陰極35は、仕事関数の小さい材料例えばLi、Na、Mg、Al、Ag、Inあるいはこれらの

\*この化1に限定されず、例えば下記化2で表されるN、N'-ジ（3-メチルフェニル）-N、N'-ジフェニル-4、4'-ジアミノ-1、1'-ビフェニルを蒸着することにより形成したものを正孔注入輸送層22として使用することもできる。

【0014】

〔化2〕

1種以上を含む合金例えばMgAg（例えば重量比10：1）、MgIn等で構成される。陰極35は蒸着又はスパッタリングにより成膜される。

【0019】Si層36は陰極35をコーティングしてその酸化を防止するものであり、Siをスパッタリングすることで成膜される。保護膜37は陰極35の酸化防止のみならず、正孔注入輸送層32～電子注入輸送層34の酸化を防止し、有機EL素子が長時間発光できるようにするものであり、例えば $SiO_2$ 、 $Si_3N_4$ 等をスパッタリングすることにより形成される。

【0020】本発明では、前記正孔注入輸送層32～保護膜37の形成を図1（A）に示す作業用真空室11～16で順次行うものである。次に図1（A）に示す本発明の製造装置について説明する。図1（A）において、1は真空槽、2はロボット、3は保持部、4は有機ELウェーハ、10は基板挿入取出部、11～16は作業用真空室、20はゲートバルブである。

【0021】真空槽1は、有機EL素子をガラス基板30に透明電極31を形成したものから、正孔注入輸送層32、発光層33、電子注入輸送層34、陰極35、Si層36、保護膜37を形成されるまでを連続的に行うものであり、内部にロボット2が設置され、また真空槽1の周壁には作業用真空室11～16が、クラスタ状に

5

配置されている。また真空槽1には基板挿入取出部10が形成されている。

【0022】ロボット2は、有機ELウェーハ4を順次作業用真空室11~16に挿入し、取出すものであり、例えば3本のアーム2-1、2-2、2-3を有する。これらのアーム2-1~2-3は、そのアーム2-3の先端に形成された保持部3が上下左右の360°の全方向に移動回転可能に構成されている。

【0023】保持部3は、有機ELウェーハ4が保持された保持板5を載置するものであり、その先端には、後述する支持基部6の穴部6-1、6-2に進入される突出部3-1、3-2が形成されている。

【0024】有機ELウェーハ4は、有機EL素子が製造されるまでの中間体であり、図1(A)に示す有機ELウェーハ4はガラス基板30に透明電極31がパターンニング形成されたものであり、その後順次作業用真空室11~16で順次成膜されて、有機EL素子になるまでの途中のものをいう。

【0025】作業用真空室11は、例えば正孔注入輸送層32を蒸着する、蒸着工程用の真空室であり、図1(B)はそのA-A線断面図である。この断面図に示されるように作業用真空室11には支持基部6、加熱部7、蒸着源17が具備されている。作業用真空室11では正孔注入輸送層32が蒸着されるので、この室の蒸着源17には前記化1あるいは化2で示されるものが使用される。

【0026】支持基部6は、有機ELウェーハ4が保持された保持板5が載置されるものであり、図2に示す如く、穴部6-1、6-2が形成されている。図2の状態において、ロボット2の先端部3が右方向に移動し、その突出部3-1、3-2が穴部6-1、6-2に進入する。このとき、突出部3-1、3-2の上面が支持基部6の上面よりもわずかに高い状態で進入するので、保持板5はそのまま支持基部6上を移動する。そして所定の位置に進入したとき、先端部3が下降するので、保持板5は支持基部6上の所定の位置に載置される。

【0027】この状態で、ゲートバルブ16を閉じ、加熱部7に通電すれば、蒸着源17が有機ELウェーハ4上に蒸着される。そして蒸着終了後、再びゲートバルブ20を開き、ロボット2の先端部3の上面が支持基部6の上面よりも低い状態で突出部3-1、3-2が穴部6-1、6-2に進入させ、所定の位置に進入したとき、先端部3を若干上昇させる。これにより蒸着処理された有機ELウェーハ4が先端部3に再び載置される。これを作業用真空室11の外に移動し、次の作業用真空室12内の支持基部6上に同様に載置する。このようにして順次作業用真空室における成膜処理を行うことができる。なお図2に示す如く、マスク9を設け、マスク蒸着することもできる。

【0028】作業用真空室12は発光層33を蒸着する

6

ものであり、作業用真空室13は電子注入輸送層34を蒸着するものであり、作業用真空室14は陰極25を蒸着するものである。これらの各室は、前記作業用真空室11と同様に構成されている。

【0029】作業用真空室15は例えばSi層36をスパッタリングにより形成するスパッタリング工程用の真空室であり、図1(C)はそのB-B断面図である。この断面図に示されるように、スパッタリング用の作業用真空室15でも、蒸着用の作業用真空室と同様に支持基部6が設けられている。そしてその上方に電極18が設置され、その前面にターゲット19が配置されている。電極18には高周波源8により高周波電圧が印加され、室内に発生した高周波放電によりターゲットがスパッタリングされ、支持基部6上に載置された有機ELウェーハ4上にSi層36が形成される。このとき室内にArガスが導入されスパッタを行う。

【0030】作業用真空室16は、例えば保護膜37をスパッタリングにより形成するスパッタリング工程用の真空室であり、前記作業用真空室15と同様に構成されている。

【0031】なお、前記作業用真空室11~14及び作業用真空室15、16は、真空槽1の周辺に設置され、これらはいわゆるクラスター状に設置されている。最初にガラス基板30に透明電極21を形成した有機ELウェーハ4を保持板5に保持させ、これを基板挿入取出部10の窓部より入れてロボット2の先端部3上に載置する。それから各作業用真空室11~16のゲートバルブ20を開き、真空槽1を図示省略した真空ポンプにて排気する。

【0032】そして所定の気圧に減圧されたとき、ロボット2の先端部3を作業用真空室11に挿入し、その支持基部6上に有機ELウェーハ4を保持した保持板5を前記の如く載置したあと、そのゲートバルブ16を閉める。そして加熱部7を加熱し、蒸着源17から正孔注入輸送層32を蒸着させる。

【0033】このようにして正孔注入輸送層32が形成された後、作業用真空室11では、ゲートバルブ20を開き、ロボット2の先端部3を駆動して、それに正孔注入輸送層32が形成された有機ELウェーハ4が保持されている保持板5を、次に作業用真空室12内の支持基部6上に載置し、そのゲートバルブ20を閉める。そして加熱部7を加熱し、蒸着源17から発光層33を蒸着させる。

【0034】発光層33が形成された後、作業用真空室12ではゲートバルブ20を開き、ロボット2の先端部3を駆動して、それに発光層33が形成された有機ELウェーハ4が保持されている保持板5を、次の作業用真空室13内の支持基部6上に載置し、そのゲートバルブ20を閉める。そして加熱部7を加熱し、蒸着源17から電子注入輸送層34を蒸着させる。

7

【0035】このように電子注入輸送層34が形成された後、作業用真空室13ではゲートバルブ20を開き、ロボット2の先端部3を駆動して、それに電子注入輸送層24が形成された有機ELウェーハ4が保持されている保持板5を、次の作業用真空室14内の支持基部6上に載置し、そのゲートバルブ20を閉める。そして加熱部7を加熱し、蒸着源17から陰極35を蒸着させる。

【0036】陰極35が形成された後、作業用真空室14ではゲートバルブ20を開き、ロボット2の先端部3を駆動して、それに陰極35が形成された有機ELウェーハ4が保持されている保持板5を、次の作業用真空室15内の支持基部6上に載置し、そのゲートバルブ20を閉める。そして電極18に高周波源8より高周波を印加し、高周波放電を発生させ、ターゲット19をスパッタして有機ELウェーハ4上にSi層36が形成される。

【0037】Si層36が形成された後、作業用真空室15ではゲートバルブ20を開き、ロボット2の先端部3を駆動して、それにSi層36が形成された有機ELウェーハ4が保持されている保持板5を、次の作業用真空室16内の支持基部6上に載置し、そのゲートバルブ20を閉める。そして電極18に高周波源8より高周波を印加し、高周波放電を発生させ、ターゲット19をスパッタして有機ELウェーハ4上に保護膜37を形成する。

【0038】このように保護膜37が形成された後、作業用真空室16ではゲートバルブ20を開き、ロボット2の先端部3を駆動して、それに保護膜37が形成された有機EL素子を保持されている保持板5を基板挿入取出部10に駆動させる。そして真空槽1内を常圧に戻し、図示省略した窓部を開いて有機EL素子を取り出す。

【0039】なお、前記説明では、支持基部6を各作業用真空室の下に位置した例について説明したが、本発明はこれに限定されるものではなく、図3(A)に蒸着用の作業用真空室11'として代表的に示す如く、蒸着用の加熱部7、蒸着源17を下方におき、支持基部6を上方においてもよい。同様に図3(B)に示す如く、スパッタリング用の作業用真空室15'としては、電極18やターゲット19を下方におき支持基部6を上方においてもよい。

【0040】このとき、当然のことながら有機ELウェーハ4は蒸着源17あるいはターゲット19側に面している。そして支持基部6には、この有機ELウェーハ4の載置部分の下方に穴部が形成されている。

【0041】前記実施例では、有機EL素子として正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層の3層構成の有機EL素子例について説明したが本発明は勿論これに限定されるものではない。例えば正孔注入輸送層・発光層+電子注入輸送層、正孔注入輸送層+電子注入輸送層・発光層の如きものに対しても同様に適用できる。また1つ

8

の電子注入層が発光層及び正孔注入層を兼ねる場合も本発明に含まれるものである。

【0042】また作業用真空室の配置は、その作業順に従って左廻りに配置した例について説明したが、作業用真空室の配置は作業順に限定されるものではなく、任意に配置できる。この場合、ロボット2の有機ELウェーハの駆動先が作業順に従って行われることになる。勿論作業順は右廻りでもよい。

【0043】作業用真空室の数も、図1(A)に示すものに限定されるものではなく、例えば層数の増加などにより工程数が増加すればこれに応じて増加することができる。

【0044】前記説明では陰極上にSi膜を成膜したものに對してその上に保護膜を形成する場合について説明したが本発明はこれに限定されるものではなく、他のものについても勿論適用できる。

【0045】

【発明の効果】請求項1に記載された本発明によれば、真空を破らない、いわゆるクラスタツール方式で有機EL素子を製造するので、一度真空にすれば工程が終わるまでこれを保持すればよく、工程毎に真空状態にする必要がないので効率的である。しかも保護膜を形成したあとで大気中に取り出すので、各層が酸化雰囲気露出されることがないので、各層が酸化されないため、発光寿命の長いものを提供することができる。

【0046】請求項2に記載された本発明によれば各作業用真空室は個別の膜を形成するので、高価な有機EL材料を作業用真空室より回収して再利用することができる。請求項3に記載された本発明によれば各作業用真空室に自動的に有機ELウェーハを搬送して成膜し、極めて効率良く有機EL素子を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例構成図である。

【図2】作業用真空室の要部説明図である。

【図3】本発明の他の実施例である。

【図4】有機EL素子の1例である。

【符号の説明】

- 1 真空槽
- 2 ロボット
- 3 先端部
- 4 有機ELウェーハ
- 5 保持板
- 6 支持基部
- 7 加熱部
- 8 高周波源
- 9 マスク
- 10 基板挿入取出部
- 11~16 作業用真空室
- 17 蒸着源
- 18 電極

19 ターゲット

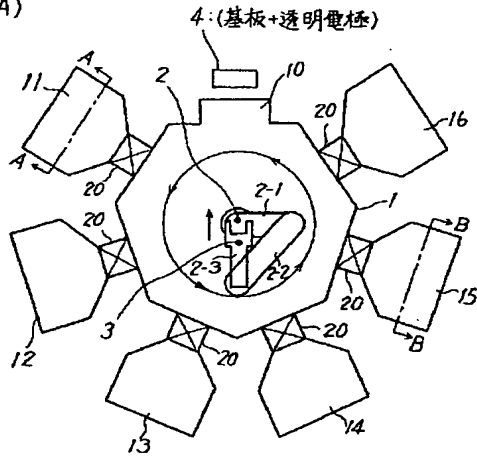
20 ゲートバルブ

【図1】

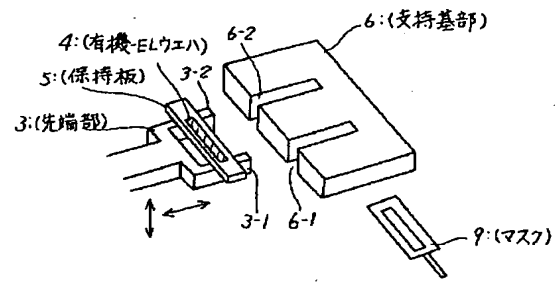
【図2】

## 本発明の一実施例構成図

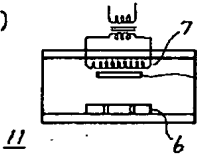
(A)



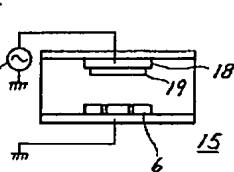
## 作業用真空室の要部説明図



(B)



(C)

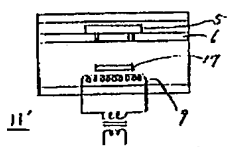


【図3】

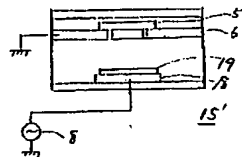
【図4】

## 本発明の第2実施例

(A)



(B)



## 有機EL素子

